

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-187973

(43)Date of publication of application : 25.07.1995

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 05-348109

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 24.12.1993

(72)Inventor : SUGANO HIDEAKI

YAMAGISHI KEIICHI

ITO SATOSHI

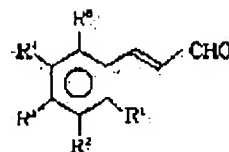
TOKUMITSU FUMIHIKO

(54) LIQUID COMPOSITION FOR ORAL CAVITY

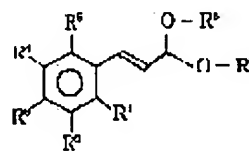
(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a liquid composition for oral cavity capable of preventing development of mold and giving pleasant feeling in use by blending a liquid composition for oral cavity having a specific amount of an ethanol content with a mildew-proofing component.

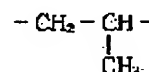
CONSTITUTION: This composition for oral cavity is obtained by blending a liquid composition for oral cavity not containing ethanol or containing ≤ 3 wt.% of ethanol with one or two or more compounds selected from cinnamic aldehydes of formula I {R¹ to R⁵ each is a 1-3C alkyl, a 2-3C alkenyl, H, OH, methoxy or ethoxy or adjacent two R_n groups [(n) is 1-5] form O or CH₂O}, acetals of cinnamic aldehydes of formula II (R⁶ and R⁷ each is a 1-3C alkyl or a 2-3C alkenyl or R⁶ and R⁷ form formula III, etc.), aliphatic aldehydes of the formula R⁸-CHO (R⁸ is a 5C alkyl or alkenyl), acetals of aliphatic aldehydes of formula IV and hinokitiol. The composition is used as a mouth- washing agent, a liquid dentifrice, a mouth refreshing agent, etc.



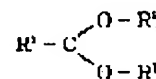
I



II



III



IV

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.12.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 13.08.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application]

converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3558138

[Date of registration] 28.05.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2002-17280

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 06.09.2002

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] Or this invention does not contain ethanol, it relates to the constituent for the liquid oral cavities with few ethanol contents.

[0002]

[Description of the Prior Art] although ethanol is usually blended with constituents for the liquid oral cavities, such as mouth wash, more than 3% (% of the weight and the following -- the same) in order to avoid grant of use feelings, and the problem of low-temperature solidification, not to blend ethanol from the point of reservation of the stability of the enzyme at the time of blending reservation and enzyme of safety when a small child drinks by mistake as an active principle, or to lessen an ethanol content is desired.

[0003] However, in the constituent for the liquid oral cavities which does not carry out little deer use of the constituent for the liquid oral cavities or ethanol which does not use ethanol, lack of the mildewproofing force based on the lack of ethanol arose, mold may occur by the passage of time, and, for this reason, solution of this point was desired.

[0004] In this case, some kinds of germicides are blended with the constituent for the liquid oral cavities, and sodium benzoate, Para hydroxybenzoic-acid ester, etc. are used widely also in it. However, although these germicides of the antibacterial effectiveness over bacteria were expensive, the mildew resistant effect over mold was weak, and the constituent for the liquid oral cavities which blended these germicides for this reason was difficult to get in sufficient mildewproofing force.

[0005] On the other hand, although germicides, such as cetylpyridinium chloride (CPC) and the 4th class cation salt, had the strong mildewproofing force, they had the trouble that the different taste of these very thing was strong, and it was inferior to a feeling of use. Moreover, when blended with the constituent for the liquid oral cavities which contains an enzyme as an active principle, it had the fault that the stability of an enzyme will be spoiled.

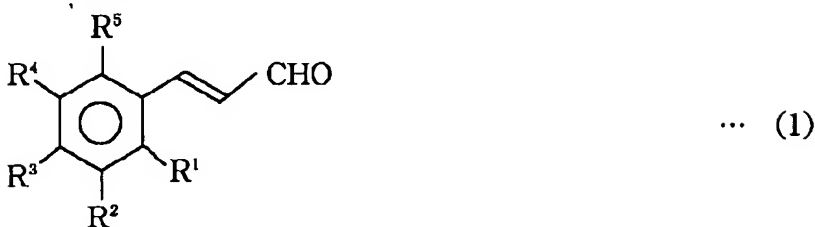
[0006] this invention person aims at offering the constituent for the liquid oral cavities which can give the mildewproofing force of sufficient level, without having been made in view of the above-mentioned situation, and spoiling a feeling of use.

[0007]

[Means for Solving the Problem and its Function] As a result of inquiring wholeheartedly that this invention person should attain the above-mentioned purpose, the thinner MIKKU aldehydes of the following structure expression (1) The acetals of the thinner MIKKU aldehyde of the following structure expression (2), and the aliphatic series aldehydes of the following structure expression (3) The acetals and hinokitiol of an aliphatic series aldehyde of the following structure expression (4) The constituent for the liquid oral cavities which does not carry out little deer combination of no ethanol blending or the ethanol, Although there are few amounts of ethanol or the mildew resistant effect in which the ethanol content was specifically excellent to 3% or less of constituent for the liquid oral cavities is demonstrated and ethanol is not included, while being able to prevent generating of mold certainly The above-mentioned mildewproofing component carries out the knowledge of not spoiling the feeling of use of the constituent for the liquid oral cavities, and came to make this invention.

[0008]

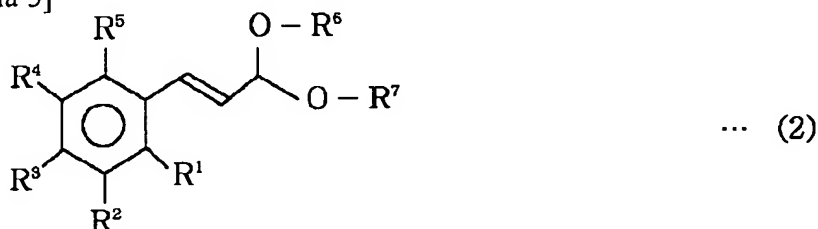
[Formula 4]



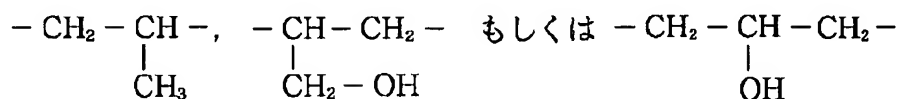
(The alkyl group of carbon numbers 1-3, the alkenyl radical of carbon numbers 2-3, a hydrogen atom, a hydroxyl group, a methoxy group, an ethoxy radical, or the radical in which Rn (n=1-5) of two ***** forms -O-CH₂-O- is shown by the inside R1-R5 of the above-mentioned formula, respectively.) However, the case where all of R1-R5 are hydrogen atoms is removed.

[0009]

[Formula 5]



(上記式中 R¹～R⁵は、炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ (n=1～5) が-O-CH₂-O-を形成する基を示す。R⁶, R⁷は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基もしくは炭素数2～3のアルケニル基又はR⁶とR⁷とで



基を形成する基を示す。)

[0010]

R8-CHO -- (3)

(The alkyl group or alkenyl radical of a carbon number 5 is shown by the inside R8 of the above-mentioned formula.)

[0011]

[Formula 6]



(The same semantics as the above is shown by the inside R6, R7, and R8 of the above-mentioned formula.)

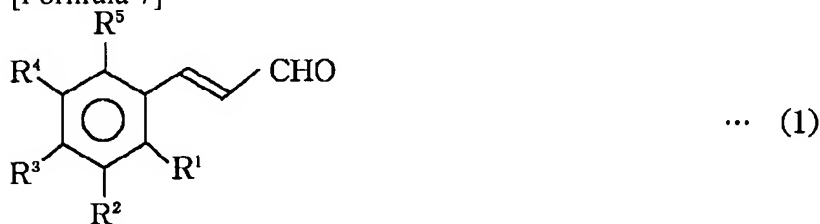
[0012] An ethanol content this invention to 3 or less % of the weight of the constituent for the liquid oral cavities therefore, as a mildewproofing component The thinner MIKKU aldehydes shown with the above-mentioned structure expression (1), and the acetals of the thinner MIKKU aldehyde shown with the above-mentioned structure expression (2) The constituent for the liquid oral cavities characterized by coming to blend one sort chosen from the aliphatic series aldehydes shown with the above-mentioned structure expression (3), the acetals of the aliphatic series aldehyde shown with the above-mentioned structure expression (4), and hinokitiol or two sorts or more is offered.

[0013] When lessons is taken from this invention and it explains in more detail hereafter, an ethanol content the constituent for the liquid oral cavities of this invention 0 - 3%, The thinner MIKKU aldehydes are 0 - 2% of thing, and

this invention is especially indicated to be to this constituent for the liquid oral cavities with the following structure expression (1) as a mildewproofing component One sort chosen from the acetals of the thinner MIKKU aldehyde shown with the following structure expression (2), the aliphatic series aldehydes which are shown with the following structure expression (3), the acetals of the aliphatic series aldehyde shown with the following structure expression (4), and hinokitiol, or two sorts or more are blended.

[0014]

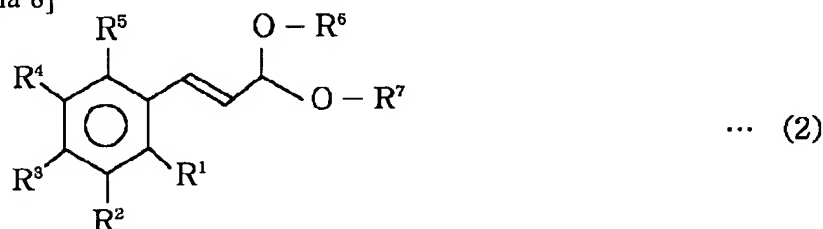
[Formula 7]



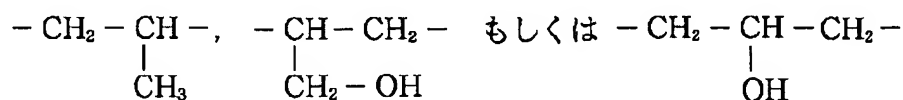
(The alkyl group of carbon numbers 1-3, the alkenyl radical of carbon numbers 2-3, a hydrogen atom, a hydroxyl group, a methoxy group, an ethoxy radical, or the radical in which R_n (n=1-5) of two ***** forms -O-CH₂-O- is shown by the inside R₁-R₅ of the above-mentioned formula, respectively.) However, the case where all of R₁-R₅ are hydrogen atoms is removed.

[0015]

[Formula 8]



(上記式中 R¹～R⁵は、炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つの Rⁿ (n = 1～5) が -O-CH₂-O- を形成する基を示す。R⁶, R⁷は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基もしくは炭素数2～3のアルケニル基又は R⁶と R⁷とで



基を形成する基を示す。)

[0016]

R₈-CHO -- (3)

(The alkyl group or alkenyl radical of a carbon number 5 is shown by the inside R₈ of the above-mentioned formula.)

[0017]

[Formula 9]



(The same semantics as the above is shown by the inside R₆, R₇, and R₈ of the above-mentioned formula.)

[0018] When the compound of above-mentioned formula (1) - (4) is illustrated, here o-methoxy thinner MIKKU

aldehyde, p-methoxy thinner MIKKU aldehyde, a p-ethoxy thinner MIKKU aldehyde, 3, 4-dimethoxy thinner MIKKU aldehyde, 3 and 4, a 5-trimethoxy thinner MIKKU aldehyde, A thinner MIKKU aldehyde-dimethyl acetal, a thinner MIKKU aldehyde-diethyl acetal, A thinner MIKKU aldehyde-propylene glycol acetal, a p-methoxy thinner MIKKU aldehyde-diethyl acetal, p-METOKISHISHINNAMIKKU aldehyde propylene glycol acetal, p-METOKISHISHINNAMIKKU aldehyde dimethyl acetal, hexanal, t-2-hexenal, cis-3-HEKISENARU, t-2-hexenal dimethyl acetal, t-2-hexenal diethyl acetal, t-2-hexenal propylene glycol acetal, etc. can be mentioned.

[0019] In addition, as for especially the loadings of the above-mentioned thinner MIKKU aldehydes, it is desirable that the whole constituent blends 0.001 to 0.05% 0.0001 to 0.5%. Moreover, as for the loadings of the acetals of a thinner MIKKU aldehyde, it is desirable to carry out to 0.0002 - 0.5% of the whole constituent, and it is 0.002 - 0.1% more preferably. Furthermore, as for the loadings of aliphatic series aldehydes, it is desirable that the loadings of the acetals of an aliphatic series aldehyde make especially the loadings [especially] especially of 0.0002 - 0.1% and hinokitiol 0.0005 - 0.01% 0.0001 to 0.1% 0.0001 to 0.2% 0.0001 to 0.05% 0.00005 to 0.1%. In any case, if there are few loadings, a mildew resistant effect will not be demonstrated enough, but if many [too], a feeling of use may be spoiled.

[0020] Although the constituent for the liquid oral cavities of this invention is used as mouth wash, water toothbrushing, a mouth deodorant, etc., it can blend various components as occasion demands.

[0021] For example, one sort, such as water-soluble-phosphate compounds, such as fluorides, such as enzymes, such as a dextranase, an amylase, a protease, mutanase, a lysozyme, and lytic enzyme, sodium mono-fluoro phosphate, a sodium fluoride, and the 1st tin of fluoride, chlorhexidine salts, epsilon-aminocaproic acid, aluminum KURORU hydroxyl allantoin, a dihydrocholesterol, glycyrrhizin salts, a sodium chloride, potassium salt of an orthophosphoric acid, and sodium salt, an azulene, and vitamins, or two sorts or more can be blended. In addition, the loadings of the above-mentioned active principle can usually be made into an amount in the range which does not bar the effectiveness of this invention.

[0022] Moreover, into the constituent for the liquid oral cavities of this invention, other perfume components, such as 1,8-cineole, an anethole, an eugenol, a methyl salicylate, linalool, menthol, and a limonene, and essential oil may be blended in the range which does not affect the effectiveness of this invention.

[0023] In this case, to the constituent for the liquid oral cavities of this invention, it is desirable to contain l-menthol, and a mildew resistant effect is further reinforced in multiplication by using l-menthol as the above-mentioned mildewproofing component. In this case, the thing of the whole constituent for which especially the loadings of l-menthol are made into 0.01 - 0.5% 0.005 to 1% is desirable.

[0024] Further various components can be blended with the constituent for the liquid oral cavities of this invention if needed. One sort, such as sorbitol, a glycerol, propylene glycol, 1, 3-butylene glycol, a polyethylene glycol, xylitol, a maltit, and RAKUCHITTO, or two sorts or more can be blended as a viscous agent, and, specifically, one sort, such as carboxymethylcellulose sodium, the carrageenin, sodium alginate, polyacrylic acid and its salt, gums, polyvinyl alcohol, and hydroxyethyl cellulose, or two sorts or more can be blended as a binder. Furthermore, sodium lauryl sulfate, lauroyl ZARUKOSHINETO, Alpha olefin sulfonate, taurate, lauryl monoglyceride sulfate, Lauryl monoglyceride sulfonate, N-long-chain acylamino acid chloride, Anion activators, such as soap, lauric-acid diethanolamide, stearyl monoglyceride, Sucrose fatty acid ester, lactose fatty acid ester, Lacty toll fatty acid ester, One sort or two sorts or more of surfactants, such as a both-sexes activator of the Nonion activators, such as maltitol fatty acid ester and polyoxyethylenesorbitan monostearate, polyglyceryl fatty acid ester, a betaine mold, and an amino acid mold, can be blended.

[0025] Furthermore, the component of antiseptics, such as sweetening agents, such as saccharin sodium, stevioside, neohesperidyl dihydrochalcone, thaumatin, glycyrrhizin, and PERIRA rutin, paraben, and sodium benzoate, and others can be blended, and it can manufacture by kneading the above-mentioned desired component with the water of optimum dose. In this case, the content of water is usually 50 - 95%, and is 70 - 90% especially.

[0026]

[Effect of the Invention] The constituent for the liquid oral cavities of this invention has the fungus resistance in which ethanol did not contain or the ethanol content was excellent at least, and, moreover, its feeling of use is good.

[0027]

[Example] Although an example and the example of a comparison are shown and this invention is explained concretely hereafter, this invention is not restricted to the following example.

[0028] [Examples 1-4 and examples 1-4 of a comparison] Mouth wash was prepared based on the presentation shown in Table 1, and the mildewproofing force and a feeling of use were evaluated about these.

It molded in 1ml of mouth wash which carried out mildewproofing force measuring method preparation (Paecilomyces

variotii), about 105 was inoculated into it, and the residual cell number after the bottom four-week culture of 25 degrees C was measured to it.

O : the ten or less piece [/ml] **:residual cell number made five steps evaluate about the taste at the time of using the mouth wash which the 10-1000 piece [/ml] x:residual cell number prepared by the special panel of the 14 evaluation approaches of a feeling of 1000 or more piece [/ml] use, and the residual cell number evaluated a feeling of use with the application of the average of the score 14 persons' obtained panel on the following criteria.

<score> 5 point: -- different-taste-nasty-smell-less four point: -- small -- three with different taste nasty smell point: -- a little -- one with 2with different taste nasty smell: different taste nasty smell point: -- the strong different taste --
<valuation-basis> with nasty smell O:five-point **:3-4 point x: -- two or less points [0029]

[Table 1]

成 分	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
グリセリン	7.0	7.0	7.0	7.0
ソルビトール	3.0	3.0	3.0	3.0
エタノール	3.0	3.0	3.0	3.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	2.0	2.0	2.0	2.0
クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1
香料*	0.1	0.1	0.1	0.1
シンナミックアルデヒド	0.002	—	—	—
p-メトキシシンナミックアルデヒド	—	0.002	—	—
シンナミックアルデヒドジエチルアセタール	—	—	0.002	—
t-2-ヘキセナール	—	—	—	0.001
水	残	残	残	残
計	100.0	100.0	100.0	100.0
防 菌 力	○	○	○	○
使 用 感	○	○	○	○

成 分	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
グリセリン	7.0	7.0	7.0	7.0
ソルビトール	3.0	3.0	3.0	3.0
エタノール	3.0	3.0	3.0	3.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	2.0	2.0	2.0	2.0
クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1
香料*	0.1	0.1	0.1	0.1
塩化セチルピリジニウム	0.01	—	—	—
塩化ベンゼトニウム	—	0.01	—	—
パラベン	—	—	0.1	—
水	残	残	残	残
計	100.0	100.0	100.0	100.0
防 菌 力	○	○	×	×
使 用 感	×	×	○	○

* Perfume : the l-menthol in perfume is 0.04% of content among a constituent 40% among perfume.

[0030]

[Example 5] Liquefied toothbrushing Glycerol (85%) 34.0% Propylene glycol 5.0 Sodium polyacrylate 3.5 Sodium lauryl sulfate 1.0 Ethanol 3.0 Hinokitiol 0.01 1-menthol 1.0 Saccharin sodium 0.08 Cineole 0.5 Purified water ** Total 100.0% [0031]

[Example 6] Mouth wash Phosphoric-acid disodium 0.3% Citric acid 0.3 Glycerol (85%) 15.0 Ethanol 2.0 Sodium lauryl sulfate 0.5 p-dimethoxy thinner MIKKU aldehyde 0.01 diethyl acetal Peppermint oil 0.5 Melon flavor 0.01 Anethole 0.05 Saccharin sodium 0.05 Purified water ** Total 100.0% [0032]

[Example 7] Mouth wash Ethanol 2.0% Polyoxyethylene hydrogenated castor oil 0.5 t-2-hexenal diethyl acetal 0.005 1-menthol 0.4 Anethole 0.1 Spearmint oil 0.1 Methyl salicylate 0.05 Blueberry flavor 0.01 Stevioside 0.1 Purified water ** Total 100.0% [0033]

[Example 8] Mouth deodorant (liquefied)

Ethanol 1.0% Polyoxyethylene hydrogenated castor oil 3.0 Glycerol (95%) 15.0 p-methoxy thinner MIKKU aldehyde 0.01 1-menthol 1.0 Anethole 0.2 Stevioside 0.5 Purified water ** Total 100.0%

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

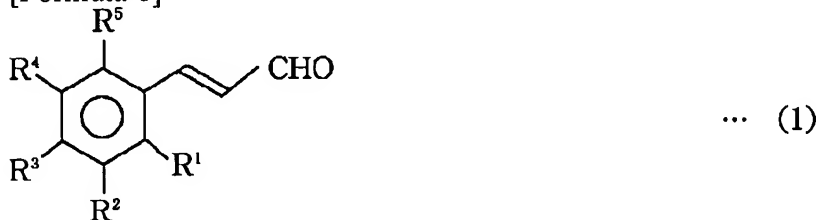
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

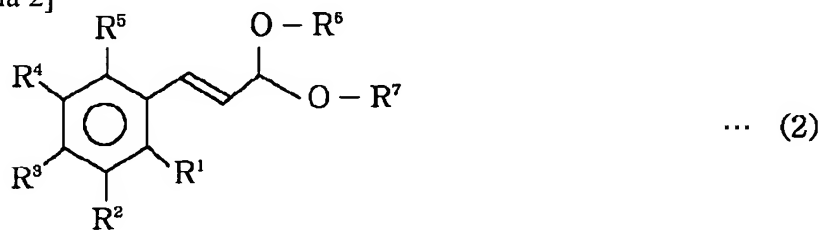
[Claim 1] The constituent for the liquid oral cavities characterized by coming to blend one sort chosen from the acetals and hinokitiol of an aliphatic series aldehyde an ethanol content is indicated to be to 3 or less % of the weight of the constituent for the liquid oral cavities with the thinner MIKKU aldehydes shown with the following structure expression (1) as a mildewproofing component, acetals of the thinner MIKKU aldehyde shown with the following structure expression (2), aliphatic series aldehydes which be shown with the following structure expression (3), the following structure expression (4), or two sorts or more.

[Formula 1]

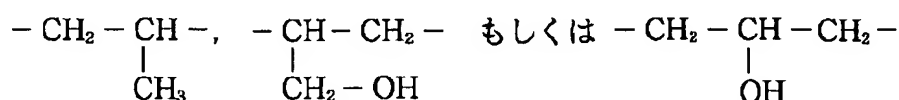


(The alkyl group of carbon numbers 1-3, the alkenyl radical of carbon numbers 2-3, a hydrogen atom, a hydroxyl group, a methoxy group, an ethoxy radical, or the radical in which R_n (n=1-5) of two ***** forms -O-CH₂-O- is shown by the inside R₁-R₅ of the above-mentioned formula, respectively.) However, the case where all of R₁-R₅ are hydrogen atoms is removed.

[Formula 2]



(上記式中 R¹～R⁵は、炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ (n=1～5) が-O-CH₂-O-を形成する基を示す。R⁶, R⁷は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基もしくは炭素数2～3のアルケニル基又はR⁶とR⁷とで



基を形成する基を示す。)

R8-CHO -- (3)

(The alkyl group or alkenyl radical of a carbon number 5 is shown by the inside R8 of the above-mentioned formula.)

[Formula 3]



(The same semantics as the above is shown by the inside R6, R7, and R8 of the above-mentioned formula.)

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

EFFECT OF THE INVENTION

[Effect of the Invention] The constituent for the liquid oral cavities of this invention has the fungus resistance in which ethanol did not contain or the ethanol content was excellent at least, and, moreover, its feeling of use is good.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-187973

(43)公開日 平成7年(1995)7月25日

(51)Int.Cl.⁹

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/16

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平5-348109

(22)出願日 平成5年(1993)12月24日

(71)出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72)発明者 菅野 秀明

千葉県印旛郡印西町内野2-6-35-203

(72)発明者 山岸 敬一

千葉県習志野市袖ヶ浦1-29-1

(72)発明者 伊藤 聡

東京都葛飾区立石5-5-24 アーバンハ

イム104号

(72)発明者 徳光 史彦

東京都世田谷区喜多見5-12-4

(74)代理人 弁理士 小島 隆司

(54)【発明の名称】 液体口腔用組成物

(57)【要約】

【構成】 エタノール含有量が3重量%以下の液体口腔用組成物に、防黴成分として、シンナミックアルデヒド類、シンナミックアルデヒドのアセタール類、脂肪族アルデヒド類、脂肪族アルデヒドのアセタール類及びヒノキチオールから選ばれる1種又は2種以上を配合してなることを特徴とする液体口腔用組成物。

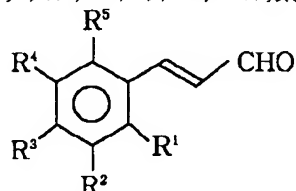
【効果】 本発明の液体口腔用組成物は、エタノールが含有されておらず又はエタノール含有量が少なくとも優れた防黴性を有し、しかも使用感が良好なものである。

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エタノール含有量が3重量%以下の液体口腔用組成物に、防黴成分として、下記構造式(1)で示されるシンナミックアルデヒド類、下記構造式(2)で示されるシンナミックアルデヒドのアセタール類、下*



... (1)

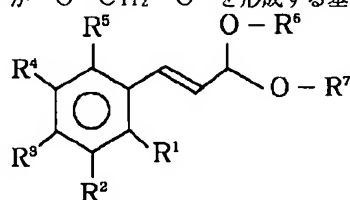
(上記式中R¹~R⁵は、それぞれ炭素数1~3のアルキル基、炭素数2~3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ (n = 1~5) が-O-CH₂-O-を形成する基※

*記構造式(3)で示される脂肪族アルデヒド類、下記構造式(4)で示される脂肪族アルデヒドのアセタール類及びヒノキチオールから選ばれる1種又は2種以上を配合してなることを特徴とする液体口腔用組成物。

【化1】

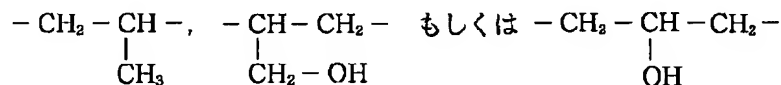
※を示す。但し、R¹~R⁵がすべて水素原子である場合を除く。)

【化2】

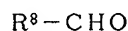


... (2)

(上記式中R¹~R⁵は、炭素数1~3のアルキル基、炭素数2~3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ (n = 1~5) が-O-CH₂-O-を形成する基を示す。R⁶、R⁷は、それぞれ炭素数1~3のアルキル基もしくは炭素数2~3のアルケニル基又はR⁶とR⁷とで



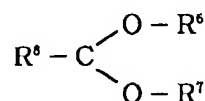
基を形成する基を示す。)



... (3)

(上記式中R⁸は、炭素数5のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

★【化3】



... (4)

(上記式中R⁶、R⁷及びR⁸は上記と同様の意味を示す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、エタノールを含まない又はエタノール含有量の少ない液体口腔用組成物に関する。

☆【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】洗口剤等の液体口腔用組成物には、使用実感の付与や低温固化の問題を回避する目的で通常エタノールが3% (重量%、以下同様) 以上配合されているが、幼児が誤飲した場合の安全性の確保や酵素を有効成分として配合した場合の酵素の安定性の確保という点からエタノールを配合

しないかエタノール含有量を少なくすることが望まれる。

【0003】しかしながら、エタノールを使用しない液体口腔用組成物或いはエタノールを少量しか使用しない液体口腔用組成物においては、エタノール不足に基づく防黴力の不足が生じ、経時により黴が発生する場合があります、このためこの点の解決が望まれた。

【0004】この場合、液体口腔用組成物にはいくつかの種類の殺菌剤が配合され、その中でも安息香酸ナトリウム、パラヒドロキシ安息香酸エステルなどが汎用されている。しかし、これら殺菌剤は、細菌に対する抗菌効果は高いものの黴に対する防黴効果は弱く、このためこれら殺菌剤を配合した液体口腔用組成物は十分な防黴力を得難いものであった。

【0005】これに対し、塩化セチルピリジニウム（CPC）、4級カチオン塩等の殺菌剤は、強い防黴力を有するが、これら自体の異味が強く、使用感に劣るという問題点を有していた。また、有効成分として酵素を含有する液体口腔用組成物に配合すると、酵素の安定性が損なわれてしまうという欠点を有していた。

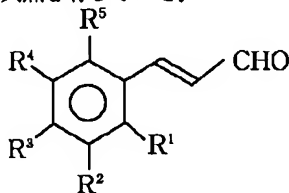
*【0006】本発明者は、上記事情に鑑みなされたもので、使用感を損なうことなく、十分なレベルの防黴力を付与することができる液体口腔用組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は、上記目的を達成すべく鋭意検討を行った結果、下記構造式（1）のシンナミックアルデヒド類、下記構造式（2）のシンナミックアルデヒドのアセタール類、下記構造式（3）の脂肪族アルデヒド類、下記構造式（4）の脂肪族アルデヒドのアセタール類及びヒノキチオールが、エタノール無配合又はエタノールを少量しか配合しない液体口腔用組成物、具体的にはエタノール含有量が3%以下の液体口腔用組成物に対し優れた防黴効果が発揮され、エタノールを含まない又はエタノール量が少ないにも拘らず、確実に黴の発生を防止し得ると共に、上記防黴成分は液体口腔用組成物の使用感を損うこともないことを知見し、本発明をなすに至った。

【0008】

*20 【化4】



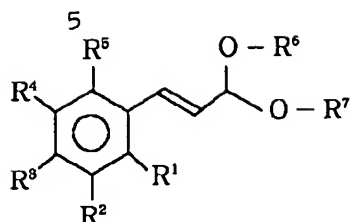
... (1)

（上記式中R¹～R⁵は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ（n=1～5）が-O-CH₂-O-を形成する基※30

※を示す。但し、R¹～R⁵がすべて水素原子である場合を除く。）

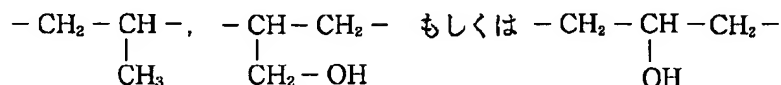
【0009】

【化5】



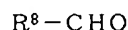
... (2)

(上記式中 $R^1 \sim R^5$ は、炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つの R^n ($n = 1 \sim 5$) が $-O-CH_2-O-$ を形成する基を示す。 R^6 、 R^7 は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基もしくは炭素数2～3のアルケニル基又は R^6 と R^7 とで



基を形成する基を示す。)

【0010】

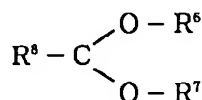


... (3)

(上記式中 R^8 は、炭素数5のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

*【0011】

*【化6】

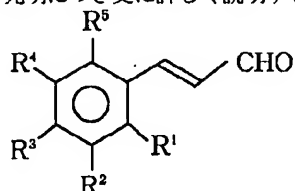


... (4)

(上記式中 R^6 、 R^7 及び R^8 は上記と同様の意味を示す。)

【0012】従って、本発明は、エタノール含有量が3重量%以下の液体口腔用組成物に、防黴成分として、上記構造式(1)で示されるシンナミックアルデヒド類、上記構造式(2)で示されるシンナミックアルデヒドのアセタール類、上記構造式(3)で示される脂肪族アルデヒド類、上記構造式(4)で示される脂肪族アルデヒドのアセタール類、及びヒノキチオールから選ばれる1種又は2種以上を配合してなることを特徴とする液体口腔用組成物を提供する。

【0013】以下、本発明につき更に詳しく説明する ※



... (1)

(上記式中 $R^1 \sim R^5$ は、それぞれ炭素数1～3のアルキル基、炭素数2～3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つ

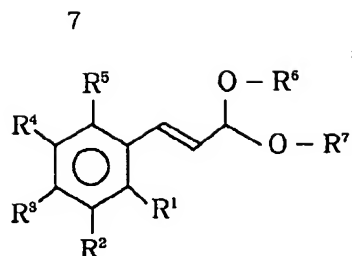
★の R^n ($n = 1 \sim 5$) が $-O-CH_2-O-$ を形成する基を示す。但し、 $R^1 \sim R^5$ がすべて水素原子である場合を除く。)

40 【化7】

30 ※と、本発明の液体口腔用組成物はエタノール含有量が0～3%、特に0～2%のものであり、本発明はこの液体口腔用組成物に防黴成分として下記構造式(1)で示されるシンナミックアルデヒド類、下記構造式(2)で示されるシンナミックアルデヒドのアセタール類、下記構造式(3)で示される脂肪族アルデヒド類、下記構造式(4)で示される脂肪族アルデヒドのアセタール類、及びヒノキチオールから選ばれる1種又は2種以上を配合したものである。

【0014】

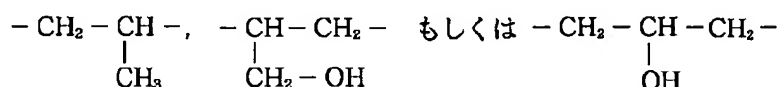
【0015】



* * 【化8】

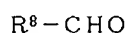
... (2)

(上記式中R¹~R⁵は、炭素数1~3のアルキル基、炭素数2~3のアルケニル基、水素原子、水酸基、メトキシ基、もしくはエトキシ基、又は隣合う2つのRⁿ (n=1~5) が-O-CH₂-O-を形成する基を示す。R⁶、R⁷は、それぞれ炭素数1~3のアルキル基もしくは炭素数2~3のアルケニル基又はR⁶とR⁷とで



基を形成する基を示す。)

【0016】

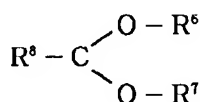


... (3)

(上記式中R⁸は、炭素数5のアルキル基又はアルケニル基を示す。)

※ 【0017】

※ 【化9】



... (4)

(上記式中R⁶、R⁷及びR⁸は上記と同様の意味を示す。)

【0018】ここで、上記式(1)~(4)の化合物を例示すると、o-メトキシシンナミックアルデヒド、p-メトキシシンナミックアルデヒド、p-エトキシシンナミックアルデヒド、3,4-ジメトキシシンナミックアルデヒド、3,4,5-トリメトキシシンナミックアルデヒド、シンナミックアルデヒド-ジメチルアセタール、シンナミックアルデヒド-ジエチルアセタール、シンナミックアルデヒド-プロピレングリコールアセタール、p-メトキシシンナミックアルデヒド-ジエチルアセタール、p-メトキシシンナミックアルデヒド-プロピレングリコールアセタール、p-メトキシシンナミックアルデヒド-ジメチルアセタール、ヘキサナール、t-2-ヘキセナール、cis-3-ヘキセナール、t-2-ヘキセナール-ジメチルアセタール、t-2-ヘキセナール-ジエチルアセタール、t-2-ヘキセナール-プロピレングリコールアセタール等を挙げることができる。

【0019】なお、上記シンナミックアルデヒド類の配合量は、組成物全体の0.0001~0.5%、特に

★0.001~0.05%配合することが好ましい。また、シンナミックアルデヒドのアセタール類の配合量は、組成物全体の0.0002~0.5%とすることが好ましく、より好ましくは0.002~0.1%である。更に、脂肪酸アルデヒド類の配合量は0.00005~0.1%、特に0.0001~0.05%、脂肪酸アルデヒドのアセタール類の配合量は0.0001~0.2%、特に0.0002~0.1%、ヒノキチオール類の配合量は0.0001~0.1%、特に0.0005~0.01%とすることが好ましい。いずれの場合も、配合量が少ないと防黴効果が十分発揮されず、多すぎると使用感を損う場合がある。

【0020】本発明の液体口腔用組成物は、洗口剤、水歯磨、口中清涼剤等として用いられるが、必要により種々の成分を配合し得る。

【0021】例えば、デキストラナーゼ、アミラーゼ、プロテアーゼ、ムタナーゼ、リゾチーム、溶菌酵素等の酵素、ソジウムモノフルオロホスフェート、フッ化ナトリウム、フッ化第1錫等のフッ化物、クロルヘキシジン塩類、イブシロンアミノカプロン酸、アルミニウムクロ

★50

ルヒドロキシアラントイン、ジヒドロコレステロール、グリチルリチン塩類、塩化ナトリウム、正リン酸のカリウム塩、ナトリウム塩等の水溶性リン酸化合物、アズレン、ビタミン類などの1種又は2種以上を配合することができる。なお、上記有効成分の配合量は、本発明の効果を妨げない範囲で通常量とすることができる。

【0022】また、本発明の液体口腔用組成物中には、1、8-シネオール、アネトール、オイゲノール、サリチル酸メチル、リナロール、メントール、リモネン等の他の香料成分や精油を本発明の効果を影響を及ぼさない範囲で配合してもよい。

【0023】この場合、本発明の液体口腔用組成物には、1-メントールを含有することが好ましく、1-メントールを上記防黴成分とすることにより更に防黴効果が相乗的に増強される。この場合、1-メントールの配合量は組成物全体の0.005~1%、特に0.01~0.5%とすることが好ましい。

【0024】本発明の液体口腔用組成物には、必要に応じて更に種々の成分を配合し得る。具体的には、粘潤剤としてソルビット、グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、キシリット、マルチット、ラクチット等の1種又は2種以上を配合し得、粘結剤としてカルボキシメチルセルロースナトリウム、カラゲナン、アルギン酸ナトリウム、ポリアクリル酸及びその塩、ガム類、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロースなどの1種又は2種以上を配合し得る。更に、ソジウムラウリルサルフェート、ラウロイルザルコシネート、 α -オレフィンスルホネート、タウレート、ラウリルモノグリセライドサルフェート、ラウリルモノグリセライドスルホネート、N-長鎖アルシラミノ酸塩、石けん等のアニオン活性剤、ラウリン酸ジエタノールアミド、ステアシルモノグリセライド、ショ糖脂肪酸エステル、ラクトース脂肪酸エステル、ラクチトール脂肪酸エステル、マルチトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート等のノニオン活性剤、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ベタイン型、アミノ酸型の両性活性剤などの1種又は2種以上の界面活性剤を配合し得る。

【0025】また更に、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、ネオヘスペリジルジヒドロカルボン、タウマチン、グリチルリチン、ペリラルチンなどの甘味剤、バ

ラベン、安息香酸ナトリウムなどの防腐剤、その他の成分を配合し得、上記した所望の成分を適量の水と練合することにより製造し得る。この場合、水の含有量は通常50~95%であり、特に70~90%である。

【0026】

【発明の効果】本発明の液体口腔用組成物は、エタノールが含有されておらず又はエタノール含有量が少なくとも優れた防黴性を有し、しかも使用感が良好なものである。

【0027】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0028】〔実施例1~4、比較例1~4〕表1に示した組成に基づき洗口剤を調製し、これらについて防黴力及び使用感を評価した。

防黴力測定方法

調製した洗口剤1mlに、黴(*Paecilomyces variotii*)約 10^5 を接種し、25℃下4週間培養後の残存菌体数を測定した。

○：残存菌体数が10個/ml以下

△：残存菌体数が10~1000個/ml

×：残存菌体数が1000個/ml以上

使用感の評価方法

14名の専門パネルにより調製した洗口剤を使用した際の味について5段階評価させ、得られた14名のパネルの評定の平均値を下記基準に適用して使用感を評価した。

<評点>

5点：異味異臭なし

4点：僅かに異味異臭あり

3点：やや異味異臭あり

2点：異味異臭あり

1点：強い異味異臭あり

<評価基準>

○：5点

△：3~4点

×：2点以下

【0029】

【表1】

1 1

1 2

成 分	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
グリセリン	7.0	7.0	7.0	7.0
ソルビトール	3.0	3.0	3.0	3.0
エタノール	3.0	3.0	3.0	3.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	2.0	2.0	2.0	2.0
クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1
香料*	0.1	0.1	0.1	0.1
シンナミックアルデヒド	0.002	—	—	—
p-メトキシシンナミックアルデヒド	—	0.002	—	—
シンナミックアルデヒドジエチルアセタール	—	—	0.002	—
1-2-ヘキセナール	—	—	—	0.001
水	残	残	残	残
計	100.0	100.0	100.0	100.0
防 菌 力	○	○	○	○
使 用 感	○	○	○	○

成 分	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
グリセリン	7.0	7.0	7.0	7.0
ソルビトール	3.0	3.0	3.0	3.0
エタノール	3.0	3.0	3.0	3.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	2.0	2.0	2.0	2.0
クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1
香料*	0.1	0.1	0.1	0.1
塩化セチルピリジニウム	0.01	—	—	—
塩化ベンゼトニウム	—	0.01	—	—
パラベン	—	—	0.1	—
水	残	残	残	残
計	100.0	100.0	100.0	100.0
防 菌 力	○	○	×	×
使 用 感	×	×	○	○

*香料：香料中の1-メントールは香料中40%、組成物中0.04%の含有量である。 *【0030】

〔実施例5〕 液状歯磨

グリセリン(85%)	34.0%
プロピレングリコール	5.0
ポリアクリル酸ナトリウム	3.5
ラウリル硫酸ナトリウム	1.0
エタノール	3.0
ヒノキチオール	0.01
1-メントール	1.0
サッカリンナトリウム	0.08
シネオール	0.5
精製水	残
計	100.0%

【0031】

〔実施例6〕 洗口剤

リン酸2ナトリウム	0.3%
クエン酸	0.3
グリセリン(85%)	15.0
エタノール	2.0
ラウリル硫酸ナトリウム	0.5
p-ジメトキシシンナミックアルデヒド	0.01
ジエチルアセタール	
ペパーミント油	0.5
メロンフレーバー	0.01
アネトール	0.05
サッカリンナトリウム	0.05

13	
精製水	残
計	100.0%
【0032】	
〔実施例7〕 洗口剤	
エタノール	2.0%
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0.5
ト-2-ヘキセナールジエチルアセタール	0.005
1-メントール	0.4
アネトール	0.1
スペアミント油	0.1
サリチル酸メチル	0.05
ブルーベリーフレーバー	0.01
ステビオサイド	0.1
精製水	残
計	100.0%
【0033】	
〔実施例8〕 口中清涼剤（液状）	
エタノール	1.0%
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	3.0
グリセリン（95%）	15.0
p-メトキシシンナミックアルデヒド	0.01
1-メントール	1.0
アネトール	0.2
ステビオサイド	0.5
精製水	残
計	100.0%